This Page Is Inserted by IFW Operations and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning documents will not correct images, please do not report the images to the Image Problem Mailbox.

				<i>r.</i>						* .				***	•				*,	
							À				. 				*			f		
									•							* -				•
		· ·		· .				1 %											•	
										:: ·	e •							(

			18	i. L					· is	٠ ;				-		o . obseve o se	, ná			
	Y 2		*	1			Ve.	**************************************	* ************************************						***			1.0	ites.	
			A	en e	Y	,4			3		19.54		i.		Se.) ,	e e		
	* Act			*		7.	n)	ž .	*							*	- (
		- "		1.4	1 2				•			\$	N ,		***	ing	f, 7			: '
_	- ()		- -	, d			·						·							-
																12 5	.;	£.		
											a e					21				
				*										. 0		.,				
		* .		, O.	. 5			erg C						* ***	*	- 11 .				
			*0					•	·											
					•					,										
																. 8				
						•			- 11-											
																			-	
				,														•		
									i.,		•					4.7				
				*										···	*.					
													: •	***			:			
				;										* .					٠,	
														*						
												•				ı	**			
		•									•							·		
			- 2												-					
															,				٠.	
													1							
																			* '	
																		•		

19 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

PARIS

11 Nº de publication :

2 758 722

(à n'utiliser que pour les commandes de reproduction)

②1) Nº d'enregistrement national :

97 08135

(51) Int Cl⁶: **A 61 K 31/27**, A 61 K 7/06 // (A 61 K 31/27, 31:195, 31:44)

(12)

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

- 22 Date de dépôt : 27.06.97.
- 9702207; 22.03.97 KR 09702208; 27.01.97 KR 09702207; 22.03.97 KR 09709984; 07.05.97 KR 09717380.
- (71) Demandeur(s): PACIFIC CORPORATION KR.
- Date de mise à la disposition du public de la demande : 31.07.98 Bulletin 98/31.
- 56 Liste des documents cités dans le rapport de recherche préliminaire : Ce dernier n'a pas été établi à la date de publication de la demande.
- 60 Références à d'autres documents nationaux apparentés: Division demandée le 14/10/97 bénéficiant de la date de dépôt du 27/06/97 de la demande initiale n° 97 08135.
- (72) Inventeur(s): SHIN MOON SAM, CHOI SANG CHO, KWAK YONG DUK, SEO SEONG HWAN, JEONG HAN IL et SEO KYUNG HEE.
- 73 Titulaire(s):
- Mandataire(s): SOCIETE DE PROTECTION DES INVENTIONS.
- COMPOSITION COSMETIQUES DE SOINS CAPILLAIRES AVEC EFFET DE SUPPRESSION DE FORMATION DE PELLICULES.
- 57 La présente invention concerne des compositions cosmétiques de soins capillaires comprenant du butylcarbamate d'iodopropynyle et/ou une solution de pyrithione de zinc dans du N-acyl-éthylènediaminetriacétate.§

FR 2 758 722 - A1



COMPOSITIONS COSMETIQUES DE SOINS CAPILLAIRES AVEC EFFET DE SUPPRESSION DE FORMATION DE PELLICULES

CONTEXTE DE L'INVENTION

1. Domaine de l'invention

5

10

15

20

25

La présente invention concerne des compositions cosmétiques soins capillaires avec effet suppression de formation de pellicules. précisément, elle concerne des compositions cosmétiques de soins capillaires contenant du butylcarbamate de iodopropynyle et/ou une solution de pyrithione de zinc solubilisée par un agent chélatant tel que triacétate de N-acyl-éthylènediamine.

2. Description de l'art antérieur

En général, les "pellicules" sont une masse semblable à la kératine résultant de la coagulation de cellules de peau mortes et des sécrétions sébacées du cuir chevelu. Les pellicules changent graduellement de couleur vers le rouge et forment une limite claire par rapport à la peau normale. Occasionnellement, elles peuvent être la cause d'une dermatose s'accompagnant de démangeaison et inflammation.

On sait, bien que ce ne soit pas clairement compris, que ces pellicules peuvent être dues à un déséquilibre hormonal, à un déséquilibre nutritionnel, au stress, à des changements biochimiques dans le tissu épidermique résultant d'une multiplication excessive des cellules de l'épiderme de la tête, à la croissance micro-organismes sur le cuir chevelu d'activité de ceux-ci, l'augmentation des inflammations dues à la pollution atmosphériques.

Εn particulier, on estime couramment que Pityrosporum ovlae, qui est un parasite du cuir chevelu une cause principale de formation multiplication et pellicules. La l'augmentation de micro-organisme d'activité ce responsable pellicules aggravent la formation de pellicules et les démangeaisons.

Par conséquent, pour les produits cosmétiques de soin capillaire destinés au traitement et à la prévention des pellicules et démangeaisons, il est essentiel d'incorporer des ingrédients capables de réprimer efficacement la multiplication et l'activité de *Pityrosporum ovlae* et de rétablir le fonctionnement normal du métabolisme des cellules du cuir chevelu.

Dans cette circonstance, les présents inventeurs ont recherchés les matériaux ayant une activité antibactérienne vis-à-vis de la souche responsable des pellicules de Pityrosporum ovlae. Ces recherches ont montré, de manière inattendue, que la concentration d'inhibition minimale (MIC) du butylcarbamate d'iodopropynyle contre Pityrosporum ovlae est faible. Ce composé, le butylcarbamate d'iodopropynyle utilisé comme conservateur à usage général de son action stérilisante vis-à-vis bactéries et des levures. Les inventeurs pensaient que ce composé pouvait être utilisable en tant qu'agent anti-bactérien et essayé de l'appliquer ont produits de soin capillaire, par exemple le shampooing. Il résulte au'ils peuvent constituer compositions cosmétiques dе soin capillaire qui présentent un effet excellent de suppression de la formation des pellicules et des démangeaisons.

5

10

15

20

25

En outre, ils ont étudié l'effet de synergie pour les combinaisons de butylcarbamate d'iodopropynyle et de pyrithione de zinc, cette dernière étant un composé anti-bactérien classique utilisé contre Pityrosporum ovlae. Une composition de soin capillaire contenant du butylcarbamate d'iodopropynyle et de la pyrithione de zinc, bien que légèrement instable en raison de la faible solubilité de la pyrithione de zinc dans l'eau, présente des effets de synergie de l'activité antibactérienne vis-à-vis de Pityrosporum ovlae, et par conséquent un effet de réduction de la formation de pellicules et de suppression des démangeaisons.

En outre, afin de résoudre le problème ci-dessus associé à la faible solubilité de la pyrithione de zinc dans l'eau, ils ont étudié le mécanisme de dissolution de la pyrithione de zinc dans l'eau.

La pyrithione de zinc a une forme sphérique et une taille de particules de 0,3 à 10 µm. Et elle est sensiblement insoluble dans l'eau (10 à 20 l'éthanol (310 ppm) eс la plupart des solvants organiques courants tels que l'éthylène glycol, le diéthyléther et l'isopropanol. En conséquence, il s'est difficile de formuler des compositions cosmétiques appropriées contenant de la pyrithione de zinc sous une forme dissoute. En général, il est admis 25 que cette faible solubilité de la pyrithione de zinc est due au métal lourd, le zinc, que contient molécule. Autrement dit, la dissolution l a pyrithione de zinc nécessite un ligand capable liaison de coordination avec le zinc contenu dans la pyrithione de zinc. En tant qu'exemple approprié, des amines telles que la diéthanolamine et l'EDTA (acide éthylènediamine-tétraacétique) ont été utilisées. Ces

30

5

10

amines ont une paire d'électrons non appariés capables de former une liaison de coordination avec le zinc (voir les brevets américains N^3 785 985 et N^3 940 482).

Ces amines ont un pH 9 ou plus, signe d'une forte 5 alcalinité. En conséquence, après dissolution de la pyrithione de zinc, de l'acide, par exemple de l'acide citrique doit être ajouté dans la composition manière à ajuster la valeur du pH à рН Cependant, par cette modification du pH, la pyrithione 10 de zinc dissoute forme des précipités non solubles et la composition résultante devient instable. En outre, ces amines dégagent une mauvaise odeur, par exemple une odeur d'ammoniaque.

15 Dans cette circonstance, les inventeurs de présente invention ont cherché à proposer une solution aux problèmes ci-dessus associés à la faible solubilité de la pyrithione de zinc, tels que l'instabilité de la composition due à la précipitation de la pyrithione de zinc, et ont cherché à trouver un nouveau matériau 20 ayant une paire d'électrons non appariés capable de former une liaison de coordination avec le zinc contenu dans la pyrithione de zinc et assurant la neutralité par lui-même. Ils ont ainsi découvert que le triacétate 25 N-acyl-éthylènediamine remplit les requises ci-dessus.

Résumé de l'invention

La présente invention a par conséquent pour objet de proposer des compositions cosmétiques de soin capillaire ayant une action anti-bactérienne vis-à-vis des micro-organismes responsables des pellicules.

Un autre objet de la présente invention est de proposer une composition cosmétique de soin capillaire contenant du butylcarbamate d'iodopropynyle, en tant qu'ingrédient actif.

Encore un autre objet de la présente invention est de proposer une composition cosmétique de soin capillaire contenant du butylcarbamate d'iodopropynyle et de la pyrithione de zinc.

Encore un autre objet de la présente invention est de proposer une composition cosmétique de soin capillaire contenant du butylcarbamate d'iodopropynyle et une solution de pyrithione de zinc solubilisée par du N-acyl-éthylènediamine-triacétate.

En outre, encore un autre objet de la présente invention est de proposer une composition cosmétique de soin capillaire contenant une solution de pyrithione de zinc dans du N-acyl-éthylènediamine-triacétate.

Ces objets, ainsi que d'autres, deviendront évidents aux hommes du métier d'après la description suivante.

DESCRIPTION DETAILLEE DE L'INVENTION

La présente invention va être décrite en détail ci-après.

Le butylcarbamate d'iodopropynyle utilisé dans la composition cosmétique de soin capillaire selon la présente invention a la formule (I)

$$| | | |$$

$$I - C = C - CH_2 - OC - NH - (CH_2)_3 - CH_3$$
(1)

Les différents procédés de préparation du butylcarbamate d'iodopropynyle sont décrits en détail

5

10

15

20

.....

10

dans le brevet américain N°4 259 350, le brevet américain N°4 841 088, le brevet américain N°5 321 151 et le brevet américain N°5 326 899. Et il a été appliqué en tant que conservateur pour des matériaux en bois (voir le brevet américain N°4 323 602 et le brevet américain N°4 977 186).

Les inventeurs de la présente invention ont tout d'abord mis en évidence que le butylcarbamate d'iodopropynyle présente une action anti-bactérienne vis-à-vis de *Pityrosporum ovlae* et trouvé que son action est très forte. En outre, ils ont étudié son applicabilité à la formulation de produits de soin capillaire.

Le butylcarbamate d'iodopropynyle a une faible 15 solubilité dans l'eau, mais une bonne solubilité dans tensioactifs ioniques et non ioniques. particulier, il présente une bonne solubilité dans les alcools ou les dérivés de glycol. Sur la base de ce ont conclu ils que l e butylcarbamate d'iodopropynyle peut être appliqué à la formulation de 20 produits de soin capillaire. Ξn outre, butylcarbamate d'iodopropynyle est très stable à une température de 70 à 80°C et pH 4 à 10. De plus, comparé pyrithione de zinc, il est beaucoup 25 avantageux que la pyrithione de zinc en termes de sécurité et de toxicité. Il présente une dose létale orale aiguë LD50 chez le rat de 1470 mg/kg, contre une dose létale orale aigue LD50 chez le rat de 354 mg/kg pour la pyrithione de zinc. Sur la base de ces faits, la composition de soin capillaire selon la présente 30 peut contenir du invention butylcarbamate d'iodopropynyle selon une quantité de 0,001 à 20 % en

poids, et de préférence de 0,001 à 10 % en poids sur la base du poids total de la composition.

Afin d'augmenter l'adsorption du butylcarbamate d'iodopropynyle par le cuir chevelu, la composition plusieurs peut contenir en outre un ou accélérant l'adsorption choisis parmi le chlorure de quar hydroxypropyl-trimonium, le polyquaternium-7, le polyquaternium-10 (voir International Cosmetic Ingredient Handbook, 3rd edition, 1995) et l'urée selon une quantité de 0,001 à 10 % en poids sur la base du poids total de la composition.

En outre, de la pyrithione de zinc(sel de zinc de 1-hydroxy-2(1H) pyridinethione) incorporée dans la composition de la présente invention est très efficace en tant qu'agent contrôlant la formation de pellicules représenté par la formule (II) :

20

25

30

5

10

15

Elle a une forme sphérique et une taille de particule de 0,3 à 10 μ m. Sa solubilité dans l'eau à 25°C est seulement d'environ 15 ppm. Selon la présente invention, afin d'obtenir un effet de synergie, la pyrithione de zinc peut être incorporée dans les compositions cosmétiques de soin capillaire selon une quantité de 0,001 à 5 % en poids sur la base du poids total de la composition.

Afin d'augmenter la solubilité de la pyrithione de zinc, la composition selon la présente invention peut comprendre un ou plusieurs agents chélatants

classiques. Des exemples de ceux-ci peuvent comprendre, mais sans s'y limiter, l'EDTA (acide éthylènediamine tétraacétique), l'acide diéthylènetriamine pental'acide nitrilotriacétique, acétique, l'acide cyclohexanediamine tétraacétique, l'acide triéthanolamine-éthylènediamine tétraacétique, l'acide éthylènetriamine pentaacétique, la tétraéthylènetriamine, l'éthylènediamine, la diéthylènetriamine et leurs sels. Le ou les agents chélatents peuvent être incorporés selon une quantité de 0,001 à 10 % en poids sur la base du poids total de la composition.

Plus spécifiquement, lorsque la composition comprend de la pyrithione de zinc, il est plus avantageux que la pyrithione de zinc puisse être incorporée sous forme d'une solution obtenue en dissolvant de la pyrithione de zinc avec du N-acyléthylènediamine-triacétate. Le N-acyléthylènediamine-triacétate (désigné ci-après N-acyl-EDTA) est un tensioactif chélatant qui peut être synthétisé chimiquement à partir d'EDTA et d'un tensioactif contenant un groupe acyle (Crudden J.J. et al., Inform., Volume 6, N°6, octobre 1995). Il peut être représenté par la formule (III) et comprend, dans la molécule, la structure EDTA ainsi qu'une structure de tensioactif:

$$OOC-H_{7}C$$
 $CH_{7}COO^{-}$
 $N-CH_{7}-CH_{7}-N$
 $O=C-(CH_{3})_{n}CH_{3}$
 $CH_{7}-COO^{-}$
(III)

dans laquelle n'est un entier allant de 10 à 18 inclus.

5

10

15

20

25

Le N-acyl-EDTA a des paires d'électrons non appariés capables de former une liaison de coordination avec le zinc contenu dans la pyrithione de zinc et maintient la neutralité par lui-même. Il présente des actions de formation et de nettoyage et sert aussi d'agent chélatant qui bloque le métal.

Des exemples spécifiques de N-acyl-EDTA sont lauroyl-éthylènediamine-triacétate de sodium, le myristoyl-éthylènediamine-triacétate de sodium, le palmitoyl-éthylènediamine-triacétate de sodium, le stéaroyl-éthylènediamine-triacétate de sodium ou le cocoyl-éthylènediamine-triacétate de sodium. Le tensioactif chélatant N-acyl-EDTA peut être incorporé selon une quantité de 0,001 à 20 % en poids sur la base du poids total de la composition.

pyrithione de zinc peut être dissoute ...formant des liaisons de coordination avec le N-acyl-.. EDTA. La pyrithione de zinc dissoute a une taille de l particules de 0,0001 à 0,001 μm. En conséquence, l'aire de surface unitaire de la pyrithione de zinc augmente 20 et la quantité qui doit être adsorbée par la peau augmente. En outre, étant donné que la taille particules est significativement réduite, sa pénétration dans la barrière de l'épiderme augmente. 25 des expériences utilisant la méthode décollement par bande adhésive Scotch pour déterminer l'adsorption dans le cuir chevelu, dans le cas de la pyrithione de zinc dissoute, la pyrithione de zinc est détectée dans chacun des cinq décollements, tandis que la pyrithione de zinc insoluble n'est plus détectée à 30 partir du 2ème décollement. Du fait de cette adsorption et pénétration améliorées, une composition contenant la

10

solution de pyrithione de zinc présente un effet antipelliculaire amélioré.

Les compositions de soin capillaire selon la présente invention peuvent être formulées, par exemple en shampooings, solutions de rinçage, aprèsshampooings, toniques, crèmes et lotions de traitement capillaire, et similaires. Chaque composition de ces formulations peut contenir, si nécessaires, des véhicules appropriés et différents additifs. Le type et la quantité de ces ingrédients ne sont pas critiques et peuvent être choisis de manière appropriée et facilement par les hommes du métier.

La description qui suit est donnée pour ces bases et additifs cosmétiques, en prenant un exemple de shampooing.

Les shampooings peuvent contenir des tensioactifs synthétiques, des conservateurs, des épaississants et des agents de régulation de la viscosité, des ajusteurs de pH, des parfums, des colorants, des composants d'après-shampooings et de l'eau distillée. Les tensioactifs synthétiques appropriés peuvent être choisis dans l'ensemble formé par les tensioactifs nonioniques, amphotères, nonioniques et cationiques, et peuvent être incorporés selon une quantité de 10 à 70 % en poids, de préférence 10 à 30 % en poids.

Des exemples de tensioactifs anioniques appropriés peuvent comprendre les sulfates d'alkyle ou d'alkyléther représentés par la formule (IV) :

30

25

5

10

15

20

 $RO(C_2H_4O)_nSO_3M$.

(IV)

dans laquelle R est un groupe alkyle ayant de 10 à 22 atomes de carbone, n est 0 ou un entier compris entre 1 et 4 inclus et M est un cation soluble dans l'eau tel que l'ammonium, le sodium la triéthanolamine. Des exemples préférés sont les sulfates d'alkyle ou d'alkyléther dans lesquels R est un groupe alkyle ayant 12 à 16 atomes de carbone. Plus spécifiquement, des exemples peuvent être le laurylsulfate de sodium, le laurylsulfate d'ammonium, le laurylsulfate de triéthanolamine, le laurylsulfate polyoxyéthyléné, de sodium ou le laurylsulfate d'ammonium polyoxyéthyléné.

Des exemples de tensioactifs amphotères appropriés peuvent comprendre les alkylbétaïnes et les alkylamidopropylbétaïnes représentées par les formules (V) et (VI), respectivement :

$$\begin{array}{ccc}
CH_{3} \\
/ \\
R_{1} - N^{\dagger} - CH_{2}COO^{-1} \\
/ \\
CH_{3}
\end{array}$$
(V)

$$CH_{3}$$

$$R_{2}CO - NH(CH_{2})_{3} - N - CH_{2}COO$$

$$CH_{3}$$

$$CH_{3}$$

$$(VI)$$

30

٠.:.

10

15

dans lesquelles R est un groupe alkyle ayant 8 à 18 atomes de carbones et R_2CO est un groupe alcoxy ayant 8 à 18 atomes de carbone. Plus précisément, un

exemple peut être la cocodiméthyl carboxyméthyl bétaïne, la lauryldiméthyl carboxyméthyl bétaïne, la lauryldiméthyl α -carboxyéthyl bétaïne, la cétyldiméthyl carboxyméthyl bétaïne et la cocoamidopropyl bétaïne.

Des exemples de tensioactifs non ioniques appropriés peuvent comprendre les alcanolamides et les oxydes d'alkylamines représentés par les formules (VII) et (VIII), respectivement :

 $R_1 R_2 R_3 N \rightarrow O \tag{VII}$

 $CH_{2}CH_{2}OH$ / $R_{4}CON$ / / $(CH_{7}CH_{7}O)_{n}H$ (VIII)

dans lesquelles R₁ est un groupe alkyle ayant 8 à 18 atomes de carbone, R₂ et R₃ sont identiques ou différents et sont un groupe alkyle ayant 1 à 3 atomes de carbone, et R₂CO est un groupe alcoxy ayant 8 à 16 atomes de carbone, et n est 0 ou 1 inclus. Plus précisément, un exemple peut être l'oxyde de lauryl diétnylamine, un oxyde d'alkyl dimétnylamine dérivé de l'huile de copran, le diéthanolamide d'acide laurique, le diéthanolamide d'acide gras de copran et le monoéthanolamide d'acide gras de copran.

Les tensioactifs mentionnés ci-dessus peuvent être incorporés seuls ou en mélanges de caux-ci.

Les compositions cosmétiques de soin capillaire selon la présente invention peuvent être utilisées de manière classique, et la fréquence d'utilisation peut

5

20

25

être déterminée en fonction de l'état de la peau ou des goûts de l'utilisateur.

MODES DE REALISATION PREFERES DE L'INVENTION

La présente invention va être illustrée plus en détail à l'aide des Exemples suivants. Les Exemples suivants sont simplement illustratifs et il faut comprendre que la présente invention ne se limite pas à ces Exemples.

10

5

Exemples 1 à 8 et Exemples comparatifs 1 et 2 - Shampooing

		Ex comp.					Exemples				
Ingredients	1	2	1	2	3	4	5	6	7	8	
Laurylethersulfate de sodium polyoxyéthyléné (26%)	30,0	30,0	30,0	30,0	30,0	30.0	30,0	30,0	30,0	30,0	
2. Laurylsulfate de sodium (28%)	15,0	15,0	15,0	15,0	15.0	15,0	15,0	15,0	15.0	15.0	
3. Lauryl diéthanolamide	4,5	4,5	4,5	4.5	4,5	4.5	4,5	4,5	4.5	4.5	
4. Propylêne glycol	0,5	0.5	0.5	0,5	0.5	0.5	0.5	0.5	0,5.	0,5	
5. Méthyl p-hydroxy benzoate	0.2	0,2	0,2	0.2	0,2	0,2	0.2	0,2	0.2	0,2	
6. Pigment	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	
7. Parfum	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	
8. Acide citrique	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	
9. Butylcarbamate d'iodopropynyle	- 1	-	1,0	1,0	1.0	0,3	0.5	1,0	-	.	
10. Polyquaternium-7	-	-	-	0.5	.	-]	0.5	-	-	.	
11. Pyrithione de zinc (suspension 48%)	-	1.0			1.0	-	-	-	-	-	
12. Pyrithione de zinc (poudre)	.		-	- [.	0,3	0,5	1.0	1.0	1.0	
13. Lauroyl-éthylénediamine triacétate de sodium		-	-	-	-	1,5	2,5	5.0	5.0	5,0	
14. EDTA-2Na	1,5	1.5	-	.	1,5	.	1.5	-	-	0,5	
15. Eau distillée				Com	olémer	nt à 10	0 %				

Exemple Expérimental 1 - Action anti-bactérienne

15

Les cultures des micro-organismes de test sont striées sur des plaques de gélose contenant différentes concentrations des shampooings préparés dans les Exemples et Exemples Comparatifs, ouis les plaques sont mises en culture dans des conditions aérobies pendant 2

jours. On observe la croissance du micro-organisme et on détermine la Concentration minimale d'inhibition (MIC) vis-à-vis du micro-organisme de test. Les résultats sont résumés dans le Tableau 1.

1. Micro-organisme de test :

Pityrosporum ovlae ATCC 12087

2. Milieu de culture

Milieu de gélose au sang (Base de gélose au sang + 5 % de concentration finale de sang), gélose BHI

10

5

Tableau 1

MIC (µg/ml)

	Ex. Co	mp.	Exemples								
	1	2	1	2	3	4	5	6	7	8	
Pityrosporum ovlae	>10000	5,87	1,08	0.89	0.045	2,14	0,22	0,025	1,88	0,35	

Exemple Expérimental 2 - Inhibition de la croissance de 15 P. ovlae

Ce test est réalisé en utilisant la méthode de diffusion sur disque de peau. Tout d'abord, cultures du micro-organismes de test (Pityrosporum ovlae ATCC 12087) sont striées sur des plaques de 20 gélose puis les plaques sont mises en culture dans des conditions aérobies à une température de 37°C pendant 2 jours. Après stérilisation des disques de peau avec 70 % d'éthanol, ils sont traités avec une dilution 1/10 des shampooings préparés dans les Exemples et Exemples 25 Comparatifs, puis lavés avec de l'eau distillée. Les disques de peau ainsi traités sont placés sur les plaques de gélose ci-dessus. On laisse reposer pendant 48 heures à une température de 37°C, puis on mesure les zones d'inhibition. La zone d'inhibition est définie

comme une zone circulaire claire où les microorganismes de test dans la plaque de gélose sont morts
par effet d'inhibition du matériau (dilution de
shampooing) ayant servi à traiter les disques de peau.
Ces mesures sont répétées 3 fois et on en fait la
moyenne. Les valeurs dans le Tableau 2 sont la
différence entre le rayon de la zone d'inhibition et le
rayon du disque de peau.

10

20

25

30

5

Tableau 2

Inhibition moyenne (mm)

	Ex. Co	omp.	Exemples									
_	1	2	1	2	3	4	5	6	7	8		
Zone d'inhibition (mm)	0,00	10,88	18,55	20,63	30,79	27,4	30,46	38,59	15,65	17,66		

15 <u>Exemple Expérimental 3</u> - Action de réduction de formation de pellicules

Afin d'évaluer et de comparer l'action de réduction de formation de pellicules des shampooings préparés dans les Exemples et Exemples comparatifs, ces shampooings sont appliqués à 10 groupes composés chacun de 8 hommes âgés de 19 à 45 ans, pendant un mois.

Avant ce test, les cheveux sont lavés avec le shampooing classique et les pellicules accumulées pendant 3 jours sont rassemblées et pesées. Tour à tour, les membres de chaque groupe se lavent les cheveux avec le shampooing de l'Exemple ou de l'Exemple comparatif, tous les trois jours pendant un mois, après quoi les pellicules accumulées pendant 3 jours sont collectées et pesées. Cette fois, les pellicules accumulées sont recueillies sur le cuir chevelu en utilisant un dispositif d'aspiration à vide. La

BNSDOCID: <FR 2758722A1>

réduction de formation de pellicules est déterminée par la formule suivante :

Réduction de formation de pellicules (%) =

[(masse (mg) de pellicules avant le test) - (masse
(mg) de pellicules au bout d'un mois)] ÷ [masse (mg) de
pellicules avant le test] x 100

Tableau 3

Effet de réduction de formation de pellicules (%)

	Ex. Co		Exemples									
	1	2	1	2	3	4	5	6	7	8		
Réduction de pellicules (%)	1,03	45.8	59.8	65,3	93,3	57.8	73,5	97,8	73.5	90,7		

Comme indiqué dans les Tableaux 1 à 3, les shampooings contenant du butylcarbamate d'iodopropynyle (Exemple 1) sont plus efficaces pour inhiber la croissance de *P. ovlae* et pour supprimer la formation de pellicules, comparés au shampooing contenant la pyrithione de zinc dispersée (Exemple comparatif 2).

En outre, le shampooing contenant la pyrithione de zinc dissoute (Exemple 7) est plus efficace pour inhiber la croissance de *P. ovlae* et pour supprimer la formation de pellicules, comparé au shampooing contenant la pyrithione de zinc dispersée (Exemple comparatif 2). Cela peut être dû au fait que la pyrithione de zinc dissoute est présente sous forme de molécule, tandis que la pyrithione de zinc dispersée est présente sous forme de particule.

5

10

15

20

Exemple Expérimental 4 - Stabilité de la composition

Afin d'évaluer la stabilité des shampooings préparés dans les Exemples et les Exemples comparatifs, on stocke ces shampooings à 0°C pendant 3 mois et à 25°C pendant 6 mois, et on observe la précipitation.

Les résultats sont donnés dans le Tableau 4.

Tableau 4

	Exemple	comparatif	-)			
ė.	1 .	2	3	ô	7	8
0°C, 3 mois	Х	0	0	X	X	X
25°C, 6 mois	X	0	0	X	- X	X

10

5

- -

- 1 1 2 2 Y

23

THE INTE

....

1.

7

4.0

Note :

 \odot : précipitation importante

O : légère précipitationX : pas de précipitation

Comme le montre le Tableau 4, les précipités formés dans le shampooing de l'Exemple comparatif 2 peuvent être dus à la pyrithione de zinc par variation du pH. C'est-à-dire que la pyrithione de zinc dissoute ou dispersée en utilisant un alcali peut être précipitée en ajoutant de l'acide citrique.

REVENDICATIONS

1. Composition cosmétique de soin capillaire comprenant du butylcarbamate d'iodopropynyle, de formule (I), selon une quantité de 0,001 à 20 % en poids sur la base du poids total de la composition :

 $\begin{array}{c}
O \\
\parallel \\
I - C \equiv C - CH_2 - OC - NH - (CH_2)_3 - CH_3
\end{array} (I)$

- 2. Composition selon la revendication 1, qui comprend en outre de la pyrithione de zinc selon une quantité de 0,001 à 5 % en poids sur la base du poids total de la composition.
 - 3. Composition selon la revendication 2, qui comprend en outre du N-acyl-éthylènediamine-triacétate représenté par la formule (III) selon une quantité de 0,01 à 20 % en poids sur la base du poids total de la composition :

$$OOC-H-C$$
 $CH-COO^{-}$ $N-CH-CH-N$ $O=C-(CH_2)-CH_3$ CH_3-COO^{-} (III)

- 25 dans laquelle n-est un entier allant de 10 à 18.
- 4. Composition selon la revendication 3, dans laquelle ledit N-acyl-éthylènediamine-triacétate est un ou plusieurs des éléments choisis dans l'ensemble formé par le lauroyl-éthylènediamine-triacétate de sodium, le de myristoyl-éthylènediamine-triacétate de sodium, le

5

palmitoyl-éthylènediamine-triacétate de sodium, le stéaroyl-éthylènediamine-triacétate de sodium et le cocoyl-éthylènediamine-triacétate de sodium.

- 5. Composition selon la revendication 2, comprend en outre un ou plusieurs agents chélatants l'ensemble formé par choisis dans tétraacétique, l'acide diéthylèneéthylènediamine triamine pentaacétique, l'acide nitrilotriacétique, cyclohexanediamine tétraacétique, l'acide triéthanolamine-éthylènediamine tétraacétique, l'acide la tétraéthylènepentaacétique, éthylènetriamine triamine, l'éthylènediamine, la diéthylènetriamine et leurs sels, selon une quantité de 0,001 à 10 % en poids sur la base du poids total de la composition.
 - 6. Composition selon la revendication 3, comprend en outre un ou plusieurs agents chélatants l'ensemble formé dans par choisis tétraacétique, l'acide diéthylèneéthylènediamine pentaacétique, l'acide nitrilotriacétique, triamine cyclohexanediamine tétraacétique, l'acide triéthanolamine-éthylènediamine tétraacétique, l'acide éthylènetriamine pentaacétique, la tétraéthylènetriamine, l'éthylènediamine, la diéthylènetriamine et leurs sels, selon une quantité de 0,001 à 10 % en poids sur la base du poids total de la composition.
 - 7. Composition selon la revendication 1, qui comprend en outre un ou plusieurs agents accélérant l'adsorption choisis dans l'ensemble formé par le chlorure de guar hydroxypropyl-trimonium, le polyquaternium-7, le polyquaternium-10 et l'urée, selon une quantité de 0,001 à 10 % en poids sur la base du poids total de la composition.

5

10

15

20

25